





5 de compenetración bajo la influencia de catalizadores ácidos gaseosos. En los procedimientos que se han llegado a conocer hasta ahora que emplean catalizadores ácidos gaseosos, se produce la concentración necesaria de gas ácido, en el espacio de tratamiento, por medio de evaporación de una solución acuosa del agua o mezclando el gas puro del catalizador con un gas inerte que causa la dilución deseada.

10 Los procedimientos que se han llegado a conocer hasta ahora para la compenetración de celulosa mediante la catalisis de fases de gas, se pueden subdividir en procesos en los cuales, por una parte, se proporciona en una primera etapa el catalizador gaseoso y en una segunda etapa se termina la reacción fuera del espacio de gas, mientras que por otra parte, se conocen  
15 procedimientos también en los que la reacción transcurre en el espacio de gas hasta su terminación. Así se trabaja por ejemplo según la patente suiza 407.940 de tal forma que el tejido impregnado con compenetrador -  
20 pasa a través del espacio conteniendo el gas ácido, se carga en él con la cantidad necesaria de catalizador y se termina la reacción fuera del espacio de gas mediante permanencia. Por otra parte describe la Patente norteamericana 2.235.141 una forma de proceder de una etapa, en la que la compenetración se efectúa por permanencia más larga del producto en presencia del catalizador ácido en el espacio de gas. El tiempo necesario para proporcionar el catalizador ácido se denominará a continuación con " tiempo de contacto", el tiempo necesario para terminar la reacción con " tiempo de perma-  
25  
30



5  
  
  
10  
  
  
15  
  
  
20  
  
  
25  
  
  
30

nencia". El tiempo completo de reacción se compone por tanto del tiempo de contacto y del tiempo de permanencia. En el tipo de procedimiento de dos etapas citado en primer lugar, no son idénticos el tiempo de contacto y el tiempo de reacción, pero sí en el método de una etapa.

Sin embargo aparte del tiempo de contacto, - influyen una serie de otros factores, la cantidad - de catalizador acogida por el tejido, Esto vale especialmente para la velocidad del producto, para el contenido de agua del tejido que entra en el espacio de contacto y para la concentración, así como la temperatura del gas ácido.

Los procedimientos que se han llegado a conocer hasta ahora para la compenetración catalizada en la fase de gas de la celulosa, presentan todos la desventaja de que la cantidad proporcionada de catalizador ácido durante el tiempo de contacto está sometida a considerables oscilaciones de concentración. Bajo condiciones en lo demás constantes respecto a velocidad del producto, contenido de agua y temperatura hay que hacer responsable de estas inseguridades especialmente a la parte de volumen oscilante del gas ácido en el espacio de contacto. Estas oscilaciones de concentración indeseables, son causadas, en el método de evaporación del gas ácido de por si sencillo técnicamente, porque con la evaporación va combinada una permanente alteración de concentración en el líquido y la fase de gas. Pero también la otra posibilidad, la adición de gas ácido puro a un gas inerte no satisface desde el punto de vista



5 práctico, ya que una dosificación exacta de gas es posible solo con aparatos caros y muchos gastos. La vigilancia analítica permanente imaginable en ambos casos del contenido de gas ácido, en el espacio de contacto, exige instalaciones complicadas y un cuidado correspondiente.

10 Como consecuencia de las oscilaciones de la concentración del catalizador que se presenta en el tejido, deben exponerse un tiempo de contacto y de permanencia con un considerable factor de seguridad, con lo que se puede detener una eventual subconcentración, pero por otra parte, causa, un tiempo de contacto prolongado, el peligro de hiperconcentraciones de catalizador, y con ello daños a la fibra. Además son indeseables -  
15 tiempos de contacto prolongados, también por motivos de aprovechamiento de las máquinas, pues tienen una influencia negativa en la economía de una instalación. Por estos motivos es deseable disponer de un procedimiento que permite colocar la cantidad de catalizador necesario para la reacción de manera sencilla en el tejido y de mantenerla en estrechos límites con medios sencillos.

20 Se ha encontrado ahora que se puede lograr este objetivo haciendo pasar los catalizadores ácidos mediante evaporación de mezclas de azeotropas, a la fase de gas, dejando actuar los catalizadores durante un  
25 breve tiempo de contacto en el tejido que presenta una temperatura más baja y ajustando la concentración de los catalizadores ácidos en la fase de gas, por regulación del suministro de energía a la mezcla azeotropa.

30 El empleo de mezclas azeotropas simplifica la regulación



5  
10  
15  
20  
25  
30

de la concentración del catalizador gaseoso y con ello decisivamente la catalisis de la reacción que hay que ejecutar en el tejido, ya que unicamente hay que regular las cantidades de energía suministradas a la mezcla azeotropa. Mientras que en los procedimientos propuestos - hasta ahora habian sido necesarios métodos de regulación complicados - la concentración de catalizador ácido tenía que determinarse sucesivamente y ser regulada o bien en el espacio de gas o en la fase líquida-, permite el empleo de mezclas azeotropas según el invento, el ajuste de cualquier concentración deseada de catalizadores ácidos gaseosos, por medio de una sencilla regulación - de temperatura mientras que se trabaje por debajo del punto de ebullición de la mezcla azeotropa. Se produce entonces en el espacio de gas una presión parcial correspondiente a las condiciones físicas de los catalizadores empleados y con ello una concentración siempre constante.

Para la ejecución práctica del procedimiento, se debe tener dispuesta por tanto unicamente en el espacio de contacto, en un lugar apropiado, unas existencias de mezcla azeotropa a una temperatura determinada y tener cuidado que el espacio de contacto presente también la misma temperatura. La concentración de catalizadores ácidos gaseosos será por tanto en condiciones constantes siempre la misma, independiente de la cantidad del catalizador que absorbe el tejido que pasa el espacio de reacción, puesto que, a una temperatura determinada de la mezcla azeotropa se ajusta en el pantano automáticamente una determinada presión parcial y con ello una concentración determinada de catalizadores ácidos gaseo-



5                    sos, en el espacio de reacción. Esta presión parcial de-  
pende sólo de la temperatura y por tanto se puede ajus-  
tar de la manera más sencilla, en el nivel deseado, en  
la ejecución práctica del procedimiento.

5                    El procedimiento según el invento es especial-  
mente ventajoso para la práctica al trabajar con mezclas  
azeotropas en ebullición. Mezclas azeotropas en ebulli-  
ción producen una corriente de gas compuesta de los com-  
ponentes de las mezclas azeotropas, cuya intensidad de-  
10                    pende únicamente de la cantidad de calor suministrada  
en el pantano y por tanto se puede ajustar muy facilmen-  
te con aparatos conocidos de regulación de energía. El  
ajuste del suministro de energía se efectua usualmente  
a base de la concentración deseada de catalizador del  
15                    tejido. En caso dado puede ser regulada mediante la me-  
dición electrométrica de esta concentración.

                    Si se desea trabajar sin pantano, entonces -  
se efectúa el ajuste termoestático del suministro de -  
energía, mediante la regulación de la cantidad del azeo-  
20                    tropa introducido en el evaporador y trasladado sucesi-  
vamente a la fase de gas.

                    En la ejecución práctica, puede pasar frotan-  
do el tejido sobre una o varias ranuras, a traves de las  
cuales sale la corriente de gas, y la velocidad de la  
25                    corriente de gas que pasa a través del tejido puede ser  
fijada por el diámetro de estas ranuras. La secuencia  
importante para la práctica de tal disposición, son, -  
tiempos de contacto tan cortos como no se han logrado  
hasta ahora, del orden de segundos, en ciertos casos  
30                    incluso de fracciones de segundos. Debido a estos tiem



5 pos de contacto, extremadamente cortos, son posibles  
velocidades altas del producto y una forma compacta de  
construcción del agregado necesario para proporcionar  
el catalizador ácido gaseoso. Estos agregados se pueden  
10 emplear también para trabajar por debajo del punto de  
ebullición de la mezcla azeotropa. Inyectando una corrien  
te constante de un gas inerte se logra que el cataliza  
dor ácido gaseoso, fluya con cierta velocidad, a través  
de las ranuras sobre el tejido, a pesar de su presión -  
15 parcial constante situada debajo de la presión atmosfé  
rica.

El momento de la separación del catalizador -  
ácido del material textil, se rige por la velocidad de  
la reacción que hay que llevar a cabo. Según esta velo  
15 cidad se separa el catalizador ácido, o bien inmediata  
mente después de pasar el agregado para proporcionar el  
catalizador ácido gaseoso, o después de intercalar un -  
tiempo de permanencia. La separación se efectúa de for  
ma conocida, mediante lavado con o sin empleo de agentes  
20 neutralizantes, por medio de ventilación intensa, median  
te aspiración, etc.

En la ejecución de reacciones químicas en subs  
tratos conteniendo celulosa con el empleo de catalizado  
res gaseosos, ha sido frecuentemente difícil hasta aho  
25 ra, poner en marcha la reacción en el momento oportuno,  
puesto que se demostró como imposible, suministrar den  
tro de breve tiempo, la cantidad necesaria de cataliza  
dor gaseoso al material textil. Según el invento se au  
menta ahora considerablemente la cantidad del cataliza  
30 dor ácido colocado por unidad de tiempo en el material



5 textil, procurando una vertiente de temperatura entre catalizador ácido gaseoso y el material textil. El material textil que pasa el espacio de gas debe tener una temperatura que encuentra por lo menos, 20<sup>o</sup> C, debajo de aquella del catalizador ácido gaseoso que hay que colocar. Mediante esta medida se consigue, en la superficie del material textil aparte de la absorción, al mismo tiempo una condensación del catalizador ácido, puesto que se enfria en el material textil más frio, y con ello se logra otro acortamiento de los tiempos de contacto necesarios. Esta forma de proceder tiene por resultado la ventaja especial para la ejecución práctica del presente invento, de que con necesidad de catalizador diferente condicionada por ejemplo por el diferente peso por metro cuadrado o la anchura diferente de tejidos, se puede efectuar la regulación de la cantidad necesaria del catalizador con los dos parametros, velocidad del producto y vertiente de temperatura, entre el producto y el espacio de gas.

15  
20 Como tecnicamente, de importancia especial, se ha demostrado el gas clorhídrico para la catalisis de la fase de gas. La mezcla de ácido clorhídrico acuoso azeotropa, contiene aproximadamente 22 por cien en peso de ácido clorhídrico y presenta sobre todo el alcance, desde la temperatura de ambiente hasta el punto de ebullición en la fase de gas, una relación prácticamente constante de clorhídrico al agua. De las reacciones químicas catalizadas según el invento, son de importancia para la técnica especialmente, las reacciones de enredamiento para mejorar la bondad de arrugado y el comporta-

25  
30



miento de no necesitar planchar deformaciones de superficies textiles conteniendo celulosa. El procedimiento se puede emplear también para fijar deformaciones en -  
5 formaciones de superficie textiles, como efectos de ca-  
landro, estampados, etc. Además está apropiado para fi-  
jar pliegues, costuras así como para la producción de -  
la bondad de arrugado en prendas de vestir acabadas, co-  
mo pantalones, camisas y semejantes.

En los últimos años se han llegado a conocer  
10 procedimientos de enredamiento en los que tienen lugar  
las reacciones químicas bajo un pequeño hinchamiento -  
controlado de la molécula de celulosa. La catalización  
de estos sistemas con ácido clorhídrico seco se había  
propuesto ya varias veces esta conexión. El empleo de  
15 ácido clorhídrico gaseoso conteniendo vapor de agua, co-  
mo se origina de la mezcla azeotropa, parece imposibi-  
litar la conservación de grados de hinchamiento contro-  
lados y pequeños de la celulosa. Sorprendentemente se  
ha encontrado ahora que la celulosa de la mezcla de va-  
20 por ácido clorhídrico y agua obtenida por evaporación  
de la mezcla azeotropa absorbe preferentemente la compo-  
nente ácida. Por tanto tampoco es necesario en este res-  
pecto emplear gas de ácido clorhídrico seco, en lugar -  
de la catalisis de gas ácida, cuyo empleo produce las  
25 desventajas ya relatadas, pues el empleo de una mezcla  
de vapor de ácido clorhídrico y agua, influencia solo -  
poco el estado de hinchamiento de la celulosa debido a  
la absorción preferida del ácido clorhídrico.

Para el procedimiento según el invento son -  
30 apropiados también otros gases ácidos o sus mezclas azeo-



5 tropas respectivamente, por ejemplo, la mezcla azeotro-  
pa de ácido fórmico y agua con un contenido de ácido -  
formico de aproximadamente 70 por cien en peso. El in-  
vento se refiere también al empleo de azeotropas no acu-  
5 sos, como por ejemplo, la mezcla azeotropa de dioxano  
y ácido formico, con un contenido de ácido fórmico de  
aproximadamente 25 por cien, en peso:

10 Como combinaciones cuyas reacciones pueden -  
ser catalizadas en la celulosa según el presente inven-  
to entre sí y/ o con el substrato que contiene celulosa,  
están apropiados, bajo condiciones ácidas, productos  
químicos capaces de reacción, en particular los conoci-  
dos medios de enredamiento para celulosa. La colocación  
de los productos químicos capacitados para la reacción  
15 se efectúa preferentemente antes del tratamiento con el  
catalizador ácido gaseoso, pero en caso dado puede efec-  
tuarse también simultáneamente con o después de la colo-  
cación del catalizador.

20 El ejemplo siguiente describe una posibilidad  
para la ejecución práctica del procedimiento según el -  
invento. Como material textil se empleó un tejido de po-  
pelin chamuscado, desarreglado, blanqueado, mercerizado  
y ópticamente preaclarado de 100% algodón peinado de un  
peso por metro cuadrado de 120 g. El tejido que contie-  
25 ne por cm. 52 hilos, de cadeneta de la numeración de hi-  
lo métrica 68 y 27 hilos de trama, de la numeración de  
hilo métrica 60, se impregnó con una composición de apres-  
to que contenía por litro, 100g. urea dimetiloldihidroxí-  
etileno, 40g. de una emulsión de polietileno comercial  
30 de 25 por cien en peso y 0'5g. de un medio de humedeci-



5 miento no ionogeno. Luego se separó exprimiéndolo en una prensa de 2 cilindros, hasta referido a una admisión de la composición de 65% referido el peso seco del producto. Ahora se secó el tejido en el marco de sujeción a 130° C, hasta una humedad resto de 5%, y se enfrió sobre rodillos a una temperatura de 35°C. A continuación pasaba el producto un agregado de producción de gas, representado esquemáticamente en la Fig. 1, a una velocidad de 60 m. por minuto, lo que dió un tiempo de contacto de 0'02 segundos sobre la ranura de 20mm de ancho. El agregado contenía la mezcla de ácido clorhídrico azeotropa y el tejido presentaba una acogida de 0'8% de ácido clorhídrico y 0'4% de agua, referidos al peso del producto seco.

15 En la fig. 1 pasa el tejido (a) entre las poleas de guía (b) sobre la ranura (c). La mezcla azeotropa de ácido clorhídrico y agua (d), se encuentra en el recipiente, inatacable por los ácidos (f), al que se suministra la energía necesaria sobre el regulador (h), a través del alambre de calefacción (g). La mezcla azeotropa (d), se mantiene en el punto de ebullición( 120'4° C, a presión normal). El diafragma (l) impide que lleguen salpicaduras al tejido (a). El suministro de la mezcla azeotropa (d) se efectúa a través del conducto (e), con mando de nivel. Sobre el tejido (a), se encuentra la cúpula de aspiración calentada (i), cuya pared interior se mantiene a una temperatura constante de superficie de 130°C. Los gases ácidos que se encuentran sobre el tejido son eliminados a través del dispositivo de aspiración (k).

344160-12-



El tejido tratado de esta manera pasa las poleas de guía (b), y llega inmediatamente después a una máquina de lavar, de anchura, donde es lavado de forma neutra. Luego se acaba de manera usual.

5 Se han examinado las propiedades tecnológicas de muestras del tejido equipado, junto con el tejido - listo para el apresto después de 3 lavados de cocción. Se dieron los siguientes valores:

	Tejido listo para el apresto	Tejido equipado
10 Nota lavado desgaste (MONSANTO) seco de hilar	debajo de 2	4'2
15 Angulo de arrugamiento en mojado (MONSANTO) suma de los valores de urdimbre y trama (2)	190	285
20 Angulo de arrugamiento en seco (MONSANTO) suma de los valores de urdimbre y trama	160	248
Solidez a la rotura (metodo grab) (kilo) en direccion de la trama	26'5	16'2

25 Reivindicaciones.-

1.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo, para el refinamiento de tejidos conteniendo celulosa, mediante reacción química, empleando catalizadores ácidos gaseosos, caracterizado en que se traslada el catalizador ácido mediante evaporación de mezclas - azeotropas, a la fase de gas, haciéndolo actuar durante un corto tiempo de contacto sobre el material textil, que presenta una temperatura más baja que la mezcla azeotropa gaseosa, y se ajusta la concentración del catali-

30

zador, ácido en la fase de gas, mediante regulación del suministro de energía a la mezcla azeotropa líquida.

5 2.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado por el empleo de una mezcla azeotropa de ácido clorhídrico y agua.

3.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado por el empleo de una mezcla azeotropa de ácido fórmico y agua.

10 4.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo, según las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado porque la temperatura del catalizador ácido gaseoso se encuentra debajo del punto de ebullición de la mezcla azeotropa.

15 5.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo, según las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizado porque la temperatura del material textil que entra en contacto con el catalizador ácido gaseoso, es por lo menos 20° C. más baja que la temperatura del catalizador ácido gaseoso.

20 6.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque el suministro de energía se regula para la conservación de una temperatura constante situada debajo del punto de ebullición de la mezcla azeotropa.

25 7.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque la regulación del suministro de energía se efectúa, mediante la medición de la concentración del catalizador ácido gaseoso en el material textil.

30

344160 14 -



5

8.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque el material textil, en forma de vía, pasa sobre -- aberturas en forma de ranura de las que sale la mezcla azeotropa gaseosa.

10

9.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque el tiempo de contacto entre el material textil y el catalizador está por debajo de 30 segundos, preferentemente debajo de 3 segundos.

15

10.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque el catalizador ácido se elimina del material textil inmediatamente después de terminar el tiempo de contacto.

20

11.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo, según la reivindicación 1, caracterizado porque el catalizador ácido se elimina después de intercalar un tiempo de permanencia.

25

12.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo, según las reivindicaciones 10 u 11, caracterizado porque el catalizador ácido se elimina por aspiración.

30

13.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo, según las reivindicaciones 1 hasta 12 por el que, con su tratamiento, se obtienen tejidos refinados.

14.- Procedimiento con su correspondiente dispositivo según las reivindicaciones 1 hasta 12, caracterizado por comprender un recipiente inatacable por los ácidos y calentable con un conducto para el ácido, por lo menos una abertura para la salida de la mezcla azeo-

tropa gaseosa y una cupula de aspiración sobre la abertura que está dispuesta de tal manera, que el material, en forma continua que hay que tratar, puede ser llevado sobre la abertura del recipiente de ácido.

5

15.-Procedimiento con su correspondiente dispositivo, según la reivindicación 14, caracterizado por que la abertura para la salida del ácido gaseoso tiene forma de ranura. Y

10

16.- PROCEDIMIENTO CON SU CORRESPONDIENTE DISPOSITIVO PARA EL REFINAMIENTO DE TEJIDOS CONTENIENDO CELULOSA", de conformidad en un todo en lo esencial y fines industriales a lo descrito en la precedente memoria descriptiva y gráficamente representada en los adjuntos planos para su mejor comprensión.

Esta memoria consta de QUINCE hojas escritas o mecanografiadas por una sola cara a doble espacio.

Madrid 28 JUN 1968

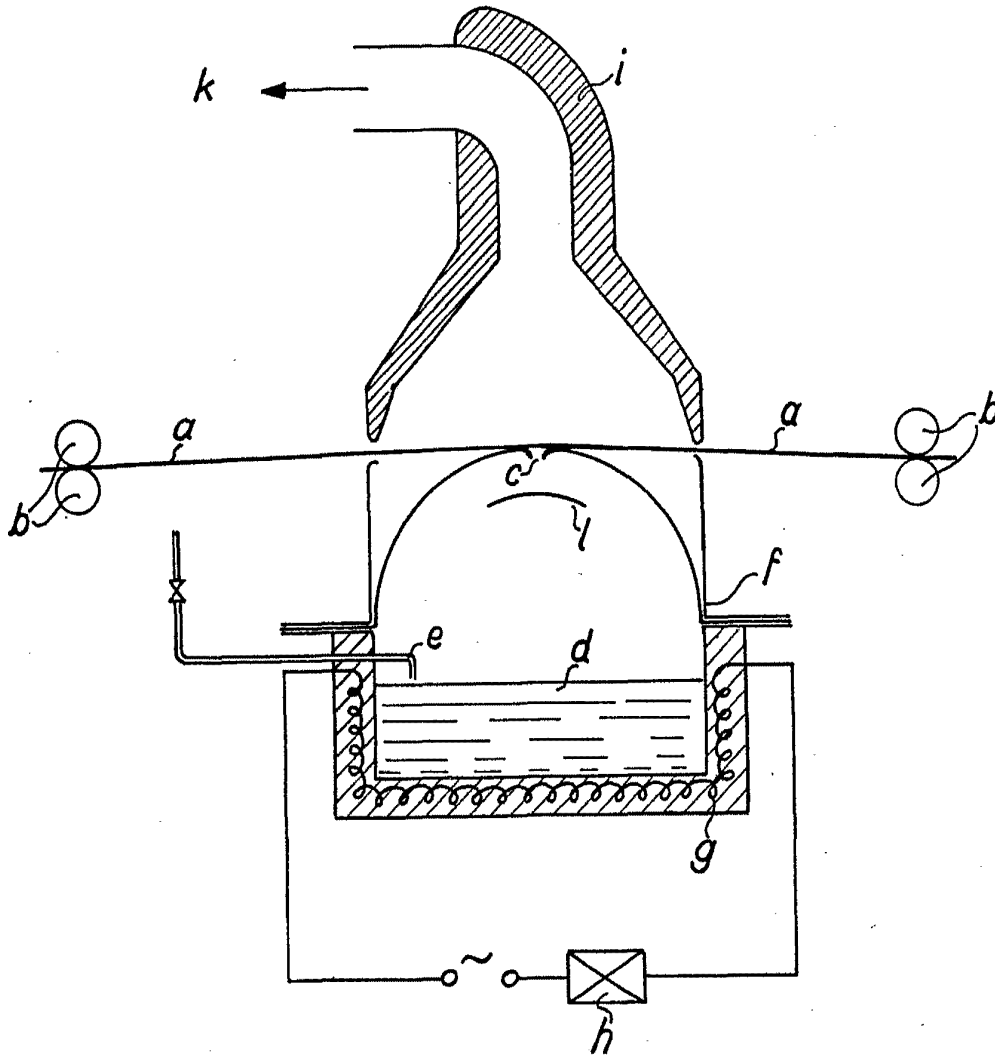
Por autorización de la interesada.

JOSE LOPEZ  
P. P.



344160

16



MADRID 16 AGO. 1967

*Carri*